

# Duplex Stainless Steel의 상변화에 따른 고온 소성변형 거동

최재호\* · 최병학\* · 김승언\*\*

(1997년 11월 7일 접수)

## Effect of Phase Composition on High Temperature Plasticity for Duplex Stainless Steel

Jae-Ho Choi, Byung-Hak Choe and Seung-Eon Kim

### Abstract

The high temperature mechanical behaviour of duplex stainless steels was examined. The relationship between the dynamic recrystallization substructures and the flow behaviour was analyzed in detail, and the mechanisms of dynamic recrystallization were also discussed. The formation of dislocation cells and subgrain structures is of great significance to the understanding of high temperature deformation.

**Key Words** : Duplex Stainless Steel, Dynamic Recrystallization, Substructure

### 1. 서론

Duplex stainless steels(DSS)는 페라이트 상과 오스테나이트 상이 혼합되어 있는 2상조직을 가지고 있는 재료이다. 이와 같은 조직의 발견은 1927년 Bain과 Griffiths에 의해 이루어졌으며, 1930년대에 상업적으로 쓰여지기 시작되었다.<sup>(1)</sup> Fe-Ni-Cr계는 제조공정에 따라서 조직변화가 광범위하게 일어나며, 또한 DSS는 두 상의 모양, 부피, 분포등을 통한 조직제어를 함으로써 다품종 생산의 가능성이 있는 효율적인 재료이다.

합금제조공정상에서 보면, 용해기술의 발달로 인해 화학조성을 정확하게 맞출 수 있기 때문에 페라이트와 오스테나이트의 정확한 조절이 가능하며, 질소 함량을 증가시킴으로써 내식성의 향상과 고온에서 페라이트와 오스테나이트 상의 안정성의 향상을 꾀할 수 있으며, 정련기술의

발달로 산소, 황, 탄소등의 양을 낮춤으로써 고온에서의 가공성 향상을 이룰 수 있다.

DSS는 오스테나이트 스테인레스 스틸에 비해 항복강도와 피로강도는 거의 두 배에 이르며, 인장강도는 20~50% 정도가 높을 뿐만 아니라, 응력부식균열저항과 피팅부식저항도 더 우수하다. 또한 낮은 열팽창계수와 높은 열전도도를 가지고 있기 때문에 식품, 기계, 석유화학공업용 열교환기 재료로 널리 쓰이고 있다. 그러나 열교환기 구조가 복잡하기 때문에 용접 등의 제조상의 문제점이 있다. 따라서 쉽게 복잡한 구조를 제조할 수 있는 방법을 찾기 위해 고온소성변형 연구를 하고자 한다. 특히 불안정현상 중의 하나인 동적재결정 현상을 연구하고자 하는데, DSS의 상들의 모양, 부피, 분포에 따라서 변형거동이 다르게 나타날 것이다. 이에 열처리 조건을 달리하여 페라이트와 오스테나이트의 부피 분율을 조절하고, 그에

\* 강릉대학교 공과대학 금속공학과  
\*\* 한국기계연구원 재료기술연구부

따른 소성변형거동을 관찰하고자 한다.

소성변형은 재료와 재료를 둘러싸고 있는 주위 사이에 에너지와 물질을 교환하는 비선형적, 비가역적, 열린 계이다. 이러한 소성변형시 나타나는 불안정현상에는 여러 가지가 있는데, 그 중의 하나가 동적재결정 현상이다. 거시적으로는 인장실험시 응력의 증가와 감소로 나타나며, 미시적으로는 열역학적 비평형상태에서의 조직화와 비조직화 현상으로 나타난다.<sup>(2)</sup> 이러한 동적재결정 현상은 여러 가지 조건에 따라서 다양한 변형거동을 보이는데, 변형조건으로는 온도와 변형률속도에 따라서, 재료의 성질로는 적층결합에너지, 결정립크기, 존재하는 상들의 상대적 양과 강도 등에 따라서도 차이를 보인다. 그러나 열린 계이며, 동적이라는 조건 때문에 이 현상을 정량적으로 해석하기에는 아직도 어려운 점이 많이 있다. 동적재결정 현상의 발생과 다양하게 관찰되는 실험결과와 곡선을 해석하기 위한 다각도의 노력이 이루어지고 있는데, 변형률을 기준으로 하는 해석,<sup>(3,4)</sup> 응력을 기준으로 하는 해석,<sup>(5,6)</sup> 에너지를 기준으로 집단전위이론을 적용하는 해석<sup>(2,7)</sup> 등 그 방법이 많이 있지만, 아직도 정확한 해석은 이루어지지 않고 있다. 따라서 본 연구에서는 동적재결정이 일어나는 각 단계 별의 운동학적인 해석을 통하여 보다 근본적인 분석을 하고자 한다.

## 2. 이 론

전위구조의 변화를 연구하기 위하여 동적재결정이 일어나는 각 단계에서의 응력완화(stress relaxation)를 통하여 여러가지 운동학적인 인자들을 단계별로 비교하고자 한다. 응력완화의 특징은 변형률이 일정한 것이다.

$$\epsilon_t = \epsilon_e + \epsilon_p = const. \quad (1)$$

여기서  $\epsilon_t$  는 총변형률,  $\epsilon_e$  는 탄성변형률,  $\epsilon_p$  는 소성변형률이다. 식(1)로부터 다음과 같은 식을 유도할 수 있다.

$$\phi b \rho_m \bar{v} = -\frac{1}{E} \left( \frac{d\sigma}{dt} \right) \quad (2)$$

여기서  $\phi$  는 방위인자로 그 크기는 약 0.5이며,  $b$  는 Burgers vector,  $\rho_m$  은 유동전위밀도이며 응력완화시 변하지 않는 것으로 가정한다.  $\bar{v}$  는 평균전위속도인데, 응력의 함수로 나타낼 수 있다.

$$\bar{v} = c(\sigma^*)^n \quad (3)$$

여기서  $c$  와  $n$  은 상수이며,  $\sigma^*$  는 다음의 식으로 부터 그 의미를 알 수 있다.

$$\sigma = \sigma^* + \sigma_i \quad (4)$$

유동응력  $\sigma$  는 두 개의 성분으로 나누어 생각할 수 있는데,  $\sigma^*$  는 유효응력,  $\sigma_i$  는 내부응력인데, 응력완화시 일정하다고 가정할 수 있다. 따라서 응력완화실험에서 응력이 일정해질 때까지 충분한 시간을 주면  $\sigma_i (= \sigma_{i,0})$  를 구할 수 있으며,  $\sigma_0^*$ , 즉 초기유효응력을 구할 수 있다. 또한  $d\sigma/d\ln \dot{\epsilon}_p$  를  $\alpha$  로 놓으면, 응력완화 실험의 자료로부터 그 크기를 구할 수 있다.<sup>(8)</sup>

$$\frac{d\sigma}{d\ln(t+A)} = -\alpha \quad (5)$$

여기서  $t$  는 시간이며,  $A$  는  $\sigma$  와  $\ln(t)$  의 그래프를 직선으로 만드는 상수이다. 또한  $\sigma_0^*$  와  $\alpha$  로 부터  $n$  을 구할 수 있다.

$$n = \sigma_0^* / \alpha + 1 \quad (6)$$

이외에도 소성변형률속도를 알아낼 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_p = \frac{\alpha}{(t+A)E} \quad (7)$$

여기에  $t=0$  을 대입하면 초기변형률속도를 구할 수 있으므로 각 단계에서의 소성변형 특성을 알 수 있다. 또한 활성화부피,  $V_a$  를 계산할 수 있다.

$$V_a = RT/\alpha \quad (8)$$

여기서  $R$  은 기체상수,  $T$  는 절대온도이다. 이와 같은 여러 인자들을 통하여 동적재결정이 일어날 때의 전위구조 변화를 알아보고자 한다.

## 3. 실험방법

실험재료로서 사용한 DSS의 조성은 Table 1에 나타나 있다. 미세구조의 관찰은 광학현미경을 사용하였는데, 부식액으로는 30 ml HCl, 30 ml HNO<sub>3</sub>, 45 ml glycerine 과 소량의 HF를 첨가한 용액을 사용하였다. Fig. 1은 용체화처리 후의 조직이며, 영상분석기로 각 상의 양을 측정하였는데, 오스테나이트의 분율이 45.4%이다. 가공의 효과를 관찰하기 위하여 열간압연과 냉간압연을 하였는데,

Table 1 Chemical composition of DSS (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	N	Fe
0.026	0.37	1.22	0.023	0.006	5.62	22.28	3.14	0.16	0.021	0.178	bal.

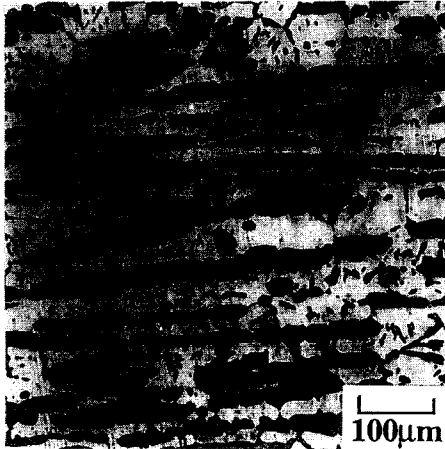


Fig. 1 Solution treated microstructure of DSS (x50)

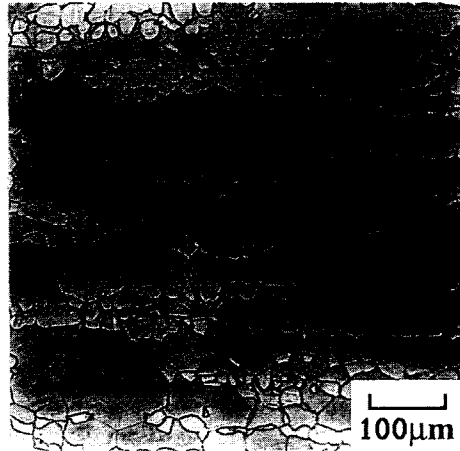


Fig. 2 Optical micrograph of HC5 (x100)

열간압연은  $\sigma$  상의 석출을 방지하기 위하여 1373K에서 실시하였는데, 한 개의 시편은 두께를 18 mm에서 2 mm 까지 가공하였으며, 다른 하나의 시편은 18 mm에서 4 mm까지 압연한 후, 상온에서 2 mm까지 냉간압연을 하였다. 이 논문에서 열간압연만 한 시편은 H 시편으로 열간압연과 냉간압연을 한 시편은 HC 시편으로 편의상 부르기로 하겠다.

페라이트와 오스테나이트의 부피분율을 조절하기 위하여 1073K, 1173K, 1573K에서 유지시간을 달리하여 열처리를 하였으며 Table 2에 표시하였고, Fig. 2에 예로서

Table 2 Heat Treatments of H and HC Specimens (H:Hot rolled state, HC:Hot and Cold rolled state)

No.	Temperature (K)	Time (hour)
1	1073	3
2	1073	5
3	1173	3
4	1173	5
5	1573	1

HC5의 조직을 나타내었다. 이러한 시편으로 Instron 만능시험기를 사용하여 변형조건에 따른 동적재결정의 거시적 현상을 관찰하기 위하여 초기변형률속도를 일정하게 준 인장실험을 실시하였다. 시편은 표점거리 25 mm로 하였으며, 균일한 온도분포를 위하여 목표온도까지 올린 후 약 5분간 유지한 후 실험을 하였다. 그리고 동적재결정의 각 단계별 미세구조를 관찰하기 위하여 응력완화실험을 하였다. 이러한 응력완화실험을 한 이유는 운동학적 인자의 절대적인 크기를 얻고자 함이 아니라, 각 단계에서의 상대적 크기의 비교를 하기 위함이다.

#### 4. 결 과

Fig. 3은 변형률속도를 동일하게 하고 온도를 달리한 HC2와 HC5의 응력-변형률 곡선인데, 하나의 응력피크 후에 응력감소율의 둔화를 보이고 있다. 그림에 R로 표시된 지점에서 응력완화실험을 하였으며, R1, R2, R3의 결과를 Fig. 4에 나타내었는데, 동적재결정이 일어나리라 예상되는 R2, R3의 응력완화율이 R1보다 심함을 볼 수 있다. 이런 자료로부터 앞의 이론에서 설명한 인자들을 구하고자 Fig. 5와 같은 그림을 그려 각 완화실험으로 부

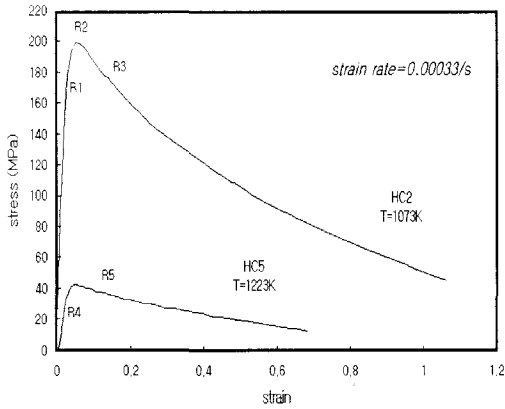


Fig. 3 The flow curves of HC2 and HC5 specimens (R:stress relaxation)

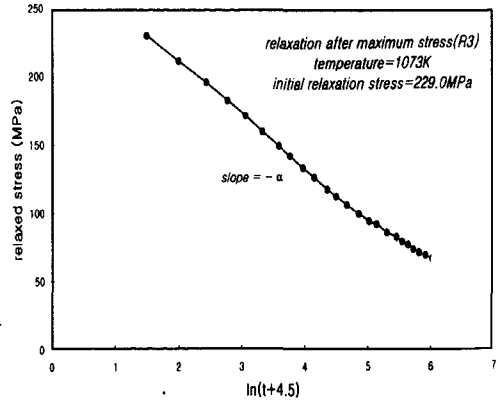


Fig. 5 Stress relaxation data of R3

있음을 알 수 있으며, 이것은 새로운 조직의 형성을 위한 풀림현상을 보여주는 것이다. 종합적인 분석은 뒤의 고찰에서 하기로 한다.

DSS는 오스테나이트와 페라이트의 분율에 따라서 강도의 차이를 보이는데, 질소가 합금원소로 첨가되었을 때는 오스테나이트가 페라이트보다 강한 성질을 나타낸다.<sup>(9)</sup> Fig. 6(a)에 오스테나이트의 양에 따른 최대응력의 변화를 나타내었는데, H나 HC의 경우 모두 일정한 비율로 증가함을 볼 수 있다. 그러나 Fig. 6(b)에서 보듯이 최대응력점의 변형률은 오스테나이트의 양이 50% 이상일 때는 거의 일정한 값을 보이나 페라이트의 양이 많은 영역에서는 그 값에서 벗어난 것을 볼 수 있다.

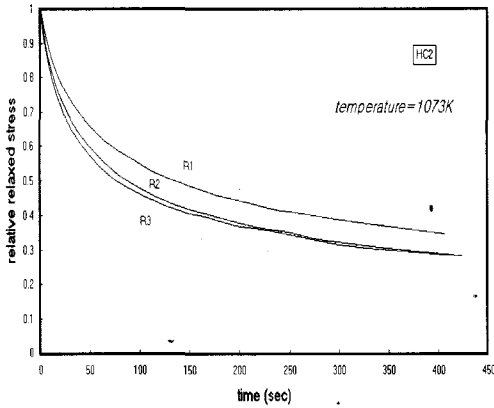


Fig. 4 Relative relaxed stress vers. time

### 5. 고찰

터 분석치를 구하였으며, 그 결과를 Table 3에 나타내었다. 가장 두드러진 결과는 초기소성변형률속도의 변화인데, R2, R3와 R5에서의 값이 R1과 R4보다 각각 증가되

오스테나이트의 구조는 면심입방정이며, 페라이트의 구조는 체심입방정인데, 체심입방정의 충전율이 면심입방정의 경우보다 낮으므로 합금원소들의 확산이 주로 페라이

Table 3 Data from stress relaxation tests on HC2 and HC5 specimens (s. Fig. 3)

No.	$\sigma_0^*$ (MPa)	$\sigma_i / \sigma_0$	$n$	$\dot{\epsilon}_{p0}$ ( $10^{-4}$ /sec)	$V_a$ ( $10^{-4} m^3 / mol$ )	$\sigma_0^* \cdot V_a$ ( $10^4 J / mol$ )
R1	144.7	0.31	5.15	6.95	2.56	3.70
R2	188.9	0.26	5.31	10.3	2.04	3.85
R3	183.2	0.20	5.88	10.8	2.37	4.34
R4	28.38	0.20	5.91	12.8	17.6	4.99
R5	34.59	0.21	6.53	23.1	16.3	5.64

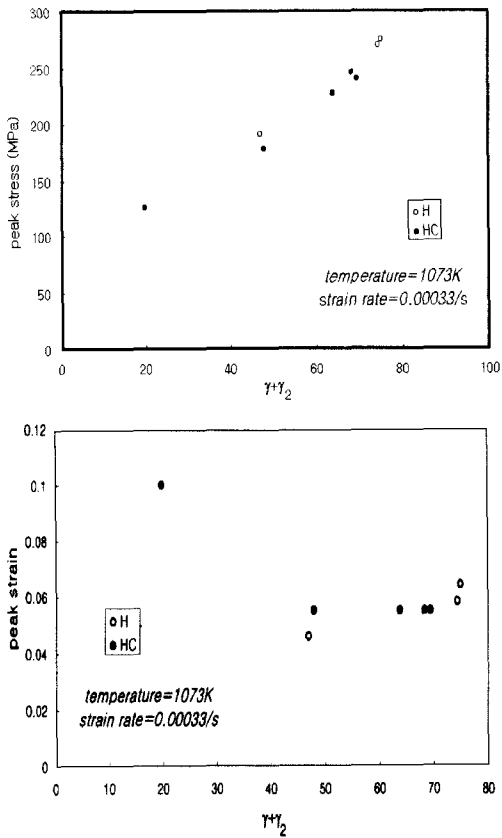


Fig. 6 (a) Effect of the amount of austenite on peak stress  
(b) Effect of the amount of austenite on peak strain

트 상을 통해 일어나므로 열처리에 의한 상변태는 상대적으로 페라이트에서 많이 일어난다. 또한 질소가 첨가되면 Fig. 6(a)에서도 보았듯이 오스테나이트의 강도가 더 높으므로 변형도 페라이트에 집중된다.<sup>(10)</sup> 따라서 동적재결정 현상도 페라이트에서 주로 일어난다라 예상이 되어, 본 연구에서 페라이트의 양을 80.2%까지 증가시켜 그 효과를 보려고 하였다. 응력-변형을 곡선에서 응력최대점 후에 응력감소율의 변화 면에서 약간의 효과를 관찰할 수는 있었으나, 페라이트 부피분율의 증가량을 고려해 보면 그 효과는 크지 않은 것으로 판단된다.

동적재결정 현상은 여러 가지 하중실험에서 거시적으로 확인되는데, 먼저 변형률속도를 일정하게 준 조건에서는 응력의 감소로, 응력을 일정하게 준 실험에서는 변형률속도의 증가로, 또한 변형률을 일정하게 준 피로실험에서는 최대응력의 감소로 알 수 있다.<sup>(2)</sup> 소성변형이 진행됨에 따라 하부구조가 발달하고, 그 크기가 줄어들며 서로의 각도

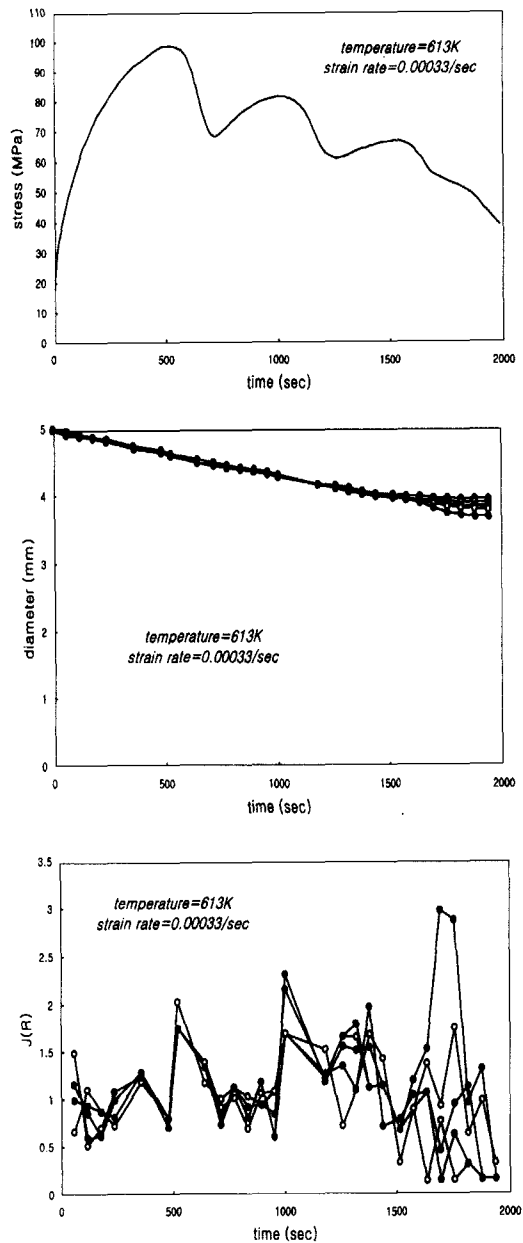
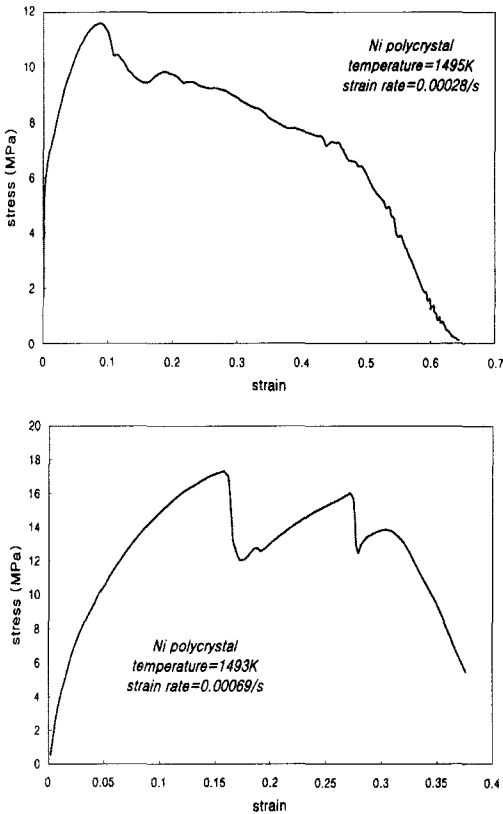


Fig. 7 Strain controlled test on copper polycrystal at 613K  
(a) stress vers. time  
(b) diameter vers. time  
(c) J(R) vers. time

가 커진다. 이에 따라 내부응력이 증가하게 되며 변형률속도는 감소하게 된다. 내부응력이 증가하여 어떤 임계값에 이르면 비조직화를 통하여 새로운 상태로의 변태가 일어난데, 그에 따라 내부응력이 감소하고 변형률속도는 증



**Fig. 8 (a) The flow curve of Ni polycrystal  
(b) The flow curve of Ni polycrystal with reduced cross section**

가하게 된다. 전위속도는 빨라지고 에너지가 증가하는데 Table 3에서 보듯이 R1에 비해 R2, R3에서, R4에 비해 R5에서의 초기변형률속도와 에너지 값이 많이 증가했음을 알 수 있다. 이것은 위에서 설명한 하부구조의 풀림현상을 잘 보여주고 있다.

동적재결정의 거시적 현상이 반복해서 일어나느냐 또는 얼마나 급격하게 일어나느냐는 불안정현상이 얼마나 빨리 시편 전체에 전파되느냐에 달린 것으로 판단된다. Fig. 7은 Cu 재료를 일정한 변형률속도로 인장실험을 하면서 시편의 지름변화를 관찰한 것인데, (a)는 응력, (b)는 지름, (c)는  $J(R)$ 이라는 인자의 변화를 보여주고 있다.  $J(R)$ 은 반지름방향의 변형률속도와 길이방향의 변형률속도의 비인데, 소성변형 중 부피변화가 없다는 가정 하에서 유도된 것이므로 그 크기는 1이 되어야 한다.<sup>(2)</sup> Fig. 7(c)에서 보듯이 동적재결정이 일어나는 영역에서는  $J(R)$ 이 1보다 큰 것을 볼 수 있는데, 이것은 반지름방향으로의 변

형률속도가 더 빠름을 말해준다. 또한 첫 번째, 두 번째 응력최대점까지는 여러 개의 선이 거의 같은 값으로 변화하는데, 즉 여러 곳의 지름변화가 일정한데, 그 후에는 선이 분산되는 것을 볼 수 있다. 즉 시편 전체에 걸쳐 지름의 변화가 일정하면, 다시 말해 불안정현상이 시편 전체에 빨리 전파되면 동적재결정의 거시적 효과가 반복될 수 있음을 의미한다.

Fig. 8은 같은 Ni 재료를 사용하여 변형률속도를 일정하게 준 인장실험 결과인데, (b)는 (a)의 시편의 단면적을 줄여서 실험한 것이다.<sup>(2)</sup> 따라서 (b)의 시편은 결정립 크기는 (a)와 같으나 시편의 단면적이 작으므로 (결정립 크기/시편의 지름)은 더 큰 값을 갖게 된다. (b)에서 보듯이 (a)보다 동적재결정의 거시적 효과가 매우 뚜렷해졌음을 알 수 있는데, 이것도 역시 불안정현상의 전파가 어떠한 효과를 나타내는가를 보여준다.

## 6. 결 론

DSS의 상변화에 따른 고온소성변형거동을 살펴본 결과, 오스테나이트의 양이 증가함에 따라 최대응력이 일정하게 증가하는 경향을 보였다. 불안정현상 중의 하나인 동적재결정이 시편 전체에 걸쳐 빠르게 전파되어야 응력-변형률 곡선에서 거시적으로 관찰되는 응력의 반복되는 증감을 볼 수 있으나, DSS에서는 페라이트와 오스테나이트, 두 상이 존재하므로 하나의 상에서 발생한 불안정현상이 시편 전체로 전파되기가 어려우므로 반복되는 거시적 현상은 관찰할 수 없으나 한 개의 응력최대점은 확인할 수 있었다. 또한 응력완화실험을 통하여 하부구조의 풀림현상을 설명할 수 있었다.

## 후 기

본 연구는 1996년도 강릉대학교 학술연구비의 지원에 의하여 이루어진 것으로 이에 감사드립니다.

## 참고문헌

- (1) J.Charles, 1991, "The duplex stainless steels: materials to meet your needs", Duplex Stainless Steels '91, Beaune, pp.3~48.
- (2) M.Bocek and J.H.Choi, 1992, "Criticality and structural flow instability", Z. Metallk., 83,

pp.57~70.

- (3) M.J.Luton and C.M.Sellars, 1969, "Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation", *Acta metall.*, 17, pp.1033~1043.
- (4) T.Sakai and J.J.Jonas, 1984, "Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural consideration", *Acta metall.*, 32, pp.189~209.
- (5) G.Gottstein, D.Zabardjadi and H.Mecking, 1979, "Dynamic recrystallization in tension-deformed copper single crystals", *Metal Sci.*, 13, pp.223~227.
- (6) G.Gottstein and U.F.Kocks, 1983, "Dynamic recrystallization and dynamic recovery in <111> single crystals of nickel and copper", *Acta metall.*, 31, pp.175~188.
- (7) M.Bocek and J.H.Choi, 1991, "Stored energy and structural instability in high temperature plastic flow", *Mat. Sci. Eng.*, A137, pp.111~118.
- (8) E.C.Aifantis and W.W.Gerberich, 1975, "A theoretical review of stress relaxation testing", *Mat. Sci. Eng.*, 21, pp.107~113.
- (9) J.-O.Nilsson, 1992, "Super duplex stainless steels", *Mat. Sci. Tech.*, 8, pp.685~700.
- (10) Y.Maehara, 1991, "High strain rate superplasticity of a 25 wt pct Cr-7 wt pct Ni-3 wt pct Mo-0.14 wt pct N duplex stainless steel", *Met. Trans.*, 22A, pp.1083~1091.